

PUBLICATION NUMBER : 64003027  
PUBLICATION DATE : 06-01-89

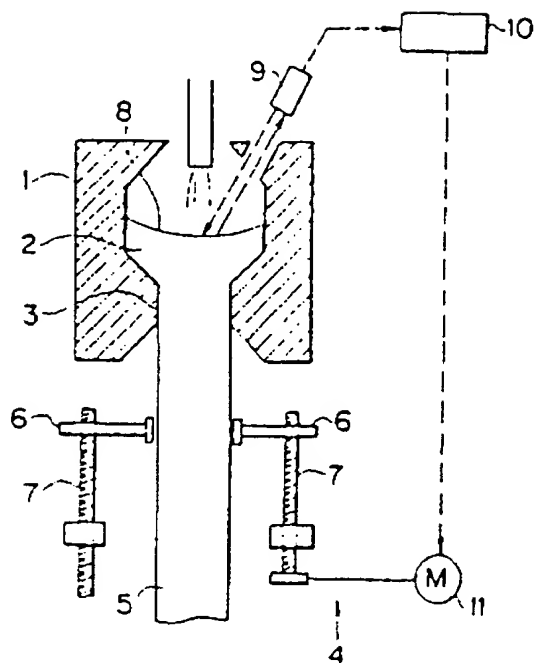
APPLICATION DATE : 26-06-87  
APPLICATION NUMBER : 62157537

APPLICANT : NKK CORP;

INVENTOR : YAMANA ATSUSHI;

INT.CL : C03B 20/00 C01B 33/12 // C03B 17/04

TITLE : PRODUCTION OF SILICIC ACID



ABSTRACT : PURPOSE: To produce silicic acid of high quality which is useful for sealing IC by controlling the drawing-out speed of the silicic acid rod, as the melt level of the silicic acid is measured in the furnace.

CONSTITUTION: Silicic acid is melted in the furnace 1 to form melt of silicic acid 2. Electromagnetic laser waves are sent from the transmitter-receiver unit 9 to the surface 8 of the silicic acid melt 2 and the reflection is received with the unit 9 to detect the height of the surface level 8 from the phase difference. The detected value is sent to the control unit 10 and the drawing-out speed of the silicic acid rod 5 from the narrowed bottom part 3 is adjusted by increasing or decreasing the rotation number of the motor 11 for the drawing unit 4 depending upon the difference between the detected value and the desired level height.

COPYRIGHT: (C) JPO

LIBRARY  
7918

(19) JAPANESE PATENT OFFICE (JP)

(12) LAID-OPEN PATENT GAZETTE (A)

(11) Laid-open Patent Application No. 64-3027

(43) Laid-open 6 January 1989

(51)	INT CL <sup>4</sup>	Identification Code	Patent Office File No.
	C 03 B 20/00		7344-4G
	C 01 B 33/12		E-6570-4G
	C 03 B 17/04		7344-4G

Number of inventions: 1

Request for examination: None

(Total 5 sheets)

---

(54) Title of invention:  
Manufacturing process for silicic acid

(21) Patent Application No. 62-157537

(22) Application date: 26 June 1987

(72) Inventor  
K. Takemoto  
c/o Nippon Kokan KK  
1-1-2, Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo

(72) Inventor  
T. Yamana  
c/o Nippon Kokan KK  
1-1-2, Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo

(71) Applicant  
Nippon Kokan KK  
1-1-2, Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo

M986

## SPECIFICATION

### 1 Title of invention:

Manufacturing process for silicic acid

### 2 Claims

(1) A continuous process for manufacturing silicic acid rod by drawing molten silicic acid from the constrictor at the bottom of the furnace, in which the melt height is measured and used to control the drawing rate of said silicic acid rod.

(2) A process for manufacturing silicic acid according to Claim (1), in which the melt height is measured by transmitting electromagnetic wave to the surface and by detecting phase difference between the transmitted and received wave.

(3) A process for manufacturing silicic acid according to Claim (1), in which the melt height is measured by irradiating light to the surface making an acute angle with the surface and the reflection point is measured with a TV camera.

(4) A process for manufacturing silicic acid according to Claim (1), in which the melt height is measured by contacting a heat-resisting carbon rod with the melt furnace and by detecting the up-downs of the rod.

### 3 Detailed description of the invention

[Sphere of application in industry]

The present invention concerns a continuous manufacturing process for silicic acid rod.

[Technology of the Prior Art]

The silicic acid rod manufactured by melting in a furnace raw material such as silica stone or silica sand has wide application including its use for integrated circuit sealing, but very high quality is required especially for use with IC sealing. Because of this one of the important factors for improving the quality of silicic acid is considered to be to accurately control the time in which silicic acid stays in the furnace.

The traditional method of achieving this has been, as shown in Fig. 6, for an operator to visually observe the height of the melt surface 8 of silicic acid 2 in the furnace 1 through the measurement hole 20 and to control the speed of the drawing device 4 which draws silicic acid rod 5 from the outlet 3 at the bottom of the furnace 1 so that the melt surface 8 may be maintained at a constant level.

Also, for the same purpose Tokkai 54-21412 deals with a device shown in Fig. 7, which uses a burner or a cooling water pipe 21 for heating or cooling the surface of silicic acid rod 5 which descends from the drawing outlet 3 at the bottom of the furnace 1 maintaining its temperature at 1200°C - 1600°C to keep the drawing rate of the rod 5 and the time in which silicic acid stays in the furnace 1 constant.

[Problems to be solved by the present invention]

However, the above traditional method has the following problems:

- (1) The control of the drawing rate of silicic acid rod by visual observation

With this method it is difficult to set the drawing rate of silicic acid rod so that the melt height may stay at the same level. And various problems occurs owing to variation of the melt height. Namely, if the melt height is lower than the target height the drawing rate is too high. In this case the time in which silicic acid stays in the furnace is not long enough so that silicic acid is drawn from the outlet before it is completely melted. Silicic acid rod formed in this way is of poor quality.

Also, in such a case silicic acid rod is drawn before it is sufficiently cooled, so that, when drawn, it is still soft, may be bent, expanded, or scratched by bricks at the outlet and may come out carrying fragments of bricks on its surface. Conversely, when the melt height is higher than the target height, the drawing rate of silicic acid rod is not high enough. In this case the silicic acid rod drawn is over-cooled so that its viscosity too low and it sticks to bricks on the outlet at the bottom of the furnace, damaging the bricks, and the damaged brick fragments may be deposited on the surface of silicic acid rod, reducing the quality of the rod. Also, if the temperature of silicic acid rod drawn falls below a certain level, then drawing becomes impossible or silicic acid rod is fractured, leading to stoppage of the operation.

In this way the drawing rate of silicic acid rod, if too high or too low, causes various problems including low quality.

## (2) Heating or cooling silicic acid rod at the bottom of the furnace

This method solves the above problems, but since the heating and cooling equipment is required extra energy is consumed.

The present invention aims to solve problems of the traditional method and to provide a stable method of manufacturing quality silicic acid rod.

[Steps to solve the problems]

The present invention concerns a continuous process for manufacturing silicic acid rod by drawing molten silicic acid from an outlet at the bottom of the furnace, in which the melt height is measured and used to control the drawing rate of said silicic acid rod.

[Action]

With the continuous process for the manufacture of silicic acid rod the starting material is supplied continuously at a certain rate, and the fuel for the material is also supplied at a certain rate to maintain the temperature of molten silicic acid in the furnace constant. Therefore, by drawing silicic acid rod at the same rate as the material is supplied, it is possible to maintain a stable operation. With the present invention the melt height is kept at a constant level by measuring it and by controlling the rate of drawing silicic acid rod. Accordingly, the time in which silicic acid stays in the furnace is kept constant. Also, variation of the rate of drawing silicic acid rod becomes small and the temperature of silicic acid rod at the outlet at the bottom of the furnace can also be kept constant.

[Example]

The invention will now be further demonstrated through examples of its practice. Fig. 1 is a section of the equipment used with the Example of the present invention. Molten silicic acid 2 in the furnace 1 of Figure 1 is drawn by the drawing device 4 from the outlet 8 at the bottom of the furnace 1. It cools naturally and becomes silicic acid rod 5. The essential part of said drawing device 4 consists of the screw 7 which moves the band 6 up and down by turning it and the motor 8 which rotates the screw 7. This drawing device 4 consists of the upper and lower portions (the lower portion not shown in the Figure), and the alternate actions of these portions continuously draw silicic acid rod

5. The balance between the melt height 8 of molten silicic acid 2 in the furnace 1 and the drawing rate of silicic acid rod is maintained in the following manner:

To the melt surface 8 of molten silicic acid 2 in the furnace 1 is transmitted laser, which is electromagnetic wave, from the electromagnetic wave transmitter and receiver 9, and its reflected wave is received by the same device 9. If the height of the melt surface 8 changes in the meanwhile change in phase difference between the transmitted wave and received wave will occur. By detecting this phase difference change in the height of the melt surface 8 can be calculated. Measurements taken by the transmitter and receiver 9 are sent to the controlling equipment 10. This controlling equipment 10 controls the drawing rate of silicic acid rod 5 by adjusting the rotation rate of the motor 11 for the drawing device 4 depending on difference between the target height of the melt surface 8 and its actual height. If the melt surface 8 is kept constant in this way, then variation of the drawing rate of silicic acid rod 5 also disappears, the time in which silicic acid stays in the furnace 1 becomes constant, and as a result no mixing will occur of material which is not melted, no fragments of bricks from the outlet 3 at the bottom of the furnace 1 will be deposited on the silicic acid rod, and silicic acid rod 5 of high quality can be manufactured continuously. Electromagnetic wave used to measure the height of the melt surface 8 can be microwave.

Next, we shall explain difference in performance between the present invention and the traditional method when silicic acid rod was manufactured using equipment shown in Fig.1 and equipment shown in Fig.6. Fig.2 (a) and (b) illustrate variation in the melt height and variation in the rate of drawing silicic acid rod with the present invention. Fig.3 (a) and (b) illustrate variation in the melt height and variation in the rate of drawing silicic acid rod with the traditional method. As can be seen from these Figures with the traditional method the melt height and the drawing rate vary greatly, while with the present invention these are approximately constant. The difference between the two is remarkable. Table 1 shows relation between the melt

height and frequency of incomplete melting occurring, and relation between the melt height and frequency of stoppage of the operation due to fracture of silicic acid rod which occurred while silicic acid rod was drawn.

As can be seen from the table the present invention has, compared with the traditional method, greatly reduced the frequency of incomplete melting occurring and the frequency of stoppage of the operation.

Table 1

- |   |   |
|---|---|
| 1 | the traditional technology                |
| 2 | the present invention                     |
| a | the melt height                           |
| 3 | frequency of incomplete melting occurring |
| a | times/year                                |
| 4 | frequency of stoppage of the operation    |
| a | times/year                                |

Next, another example will be explained. Fig.4 and Fig.5 explain manufacturing processes of Fig.1, but use a different method of measuring the melt height. The method of Fig.4 consists in irradiating light from the source 12 onto the melt surface 8 of silicic acid 2 at an acute angle with the surface, detecting, by the use of the television camera 13, movement of the reflection point (right-left movement with the Figure) which occurs with variation of the melt height and evaluating the height of the melt surface 8.

[Effect of the invention]

With the present invention the melt height can be accurately measured, and using the measurements the drawing rate of silicic acid rod is controlled so that the melt height can be maintained at a constant level and as a result variation of the drawing rate disappears, ensuring the continuous production of silicic acid rod of high quality.



#### 4. Brief explanation of Figures

Fig.1 is a section of an example of the equipment used with the present invention. Fig.2 illustrates performance with the present invention, and Fig.3 performance with the traditional technology. Fig.4 and Fig.5 show sections of apparatuses used for other examples of the present invention. Fig.6 and Fig. 7 are sections used with the traditional technology.

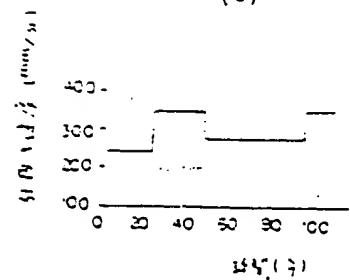
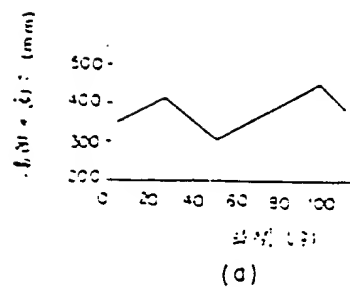
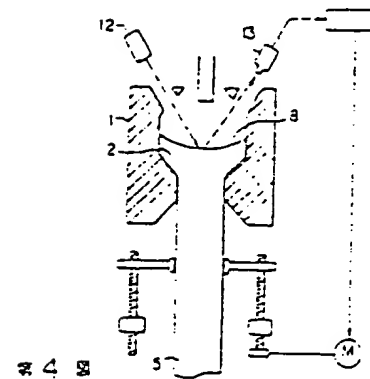
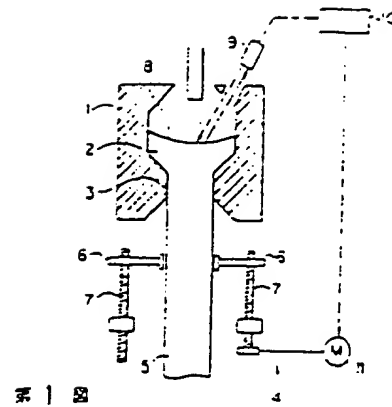
- 1 furnace
- 2 molten silicic acid
- 3 outlet
- 4 drawing equipment
- 5 silicic acid rod
- 8 melt surface
- 9 electromagnetic wave transmitter and receiver
- 10 controller
- 11 motor
- 12 light source
- 13 television camera
- 14 carbon rod
- 16 drum

Patent Applicant Nippon Kokan KK

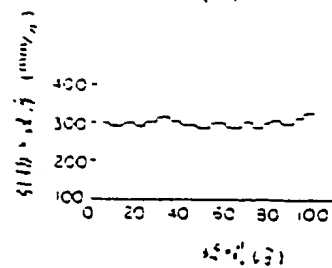
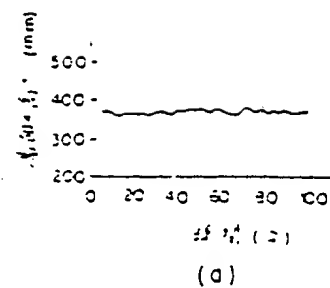
第1図は本発明を実施する装置の一実施例を示す断面図、第2図は本発明による測定原理の説明図、第3図は従来の装置による測定原理の説明図、第4図及び第5図は本発明を実施する装置の他の実施例を示す断面図、第6図及び第7図は従来の装置で使用する装置の断面図である。

- 1…炉、2…溶融ケイ酸、3…送り部、  
4…引き抜き装置、5…ケイ酸ロッド、  
6…溶融、7…電流変換受は装置、  
8…制御装置、9…モーター、10…光源、  
11…テレビカメラ、12…カーボン棒、  
13…ドラム

特許出願人 日本電気株式会社



第3図



第2図

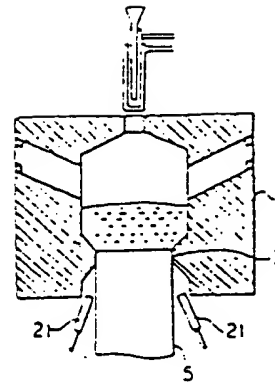
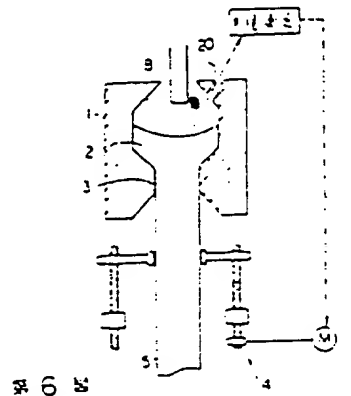
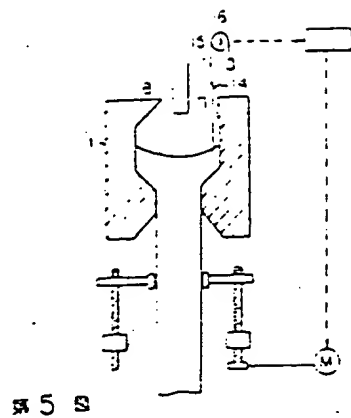


図 7

⑨ 日本国特許庁 (J P)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭64-3027

115-0111

⑫ Int. Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 昭和64年(1989)1月6日  
 C 03 B 20/00 7344-4G  
 C 01 B 33/12 E-6570-4G  
 // C 03 B 17/04 7344-4G 審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 ケイ酸の製造方法

⑮ 特 願 昭62-157537

⑯ 出 願 昭62(1987)6月26日

⑰ 発 明 者 竹 元 克 寛 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋳管株式会社 内

⑱ 発 明 者 山 名 淳 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋳管株式会社 内

⑲ 出 願 人 日本鋳管株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

ケイ酸の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

① 炉内で溶融されたケイ酸を炉下部に形成された絞り部から引抜きケイ酸ロッドを連続的に製造する方法において、前記炉内の溶融されたケイ酸の液面高さを計測し、この計測値に基づき前記ケイ酸ロッドの引抜き速度を制御することを特徴とするケイ酸の製造方法。

② 液面高さを計測する方法が、液面に電極を挿入し、その電極と受電板の電圧差を放出することにより計測する方法であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載のケイ酸の製造方法。

③ 液面高さを計測する方法が、液面に針めに光線を出し、その反射点をテレビカメラで検出することにより計測する方法であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載のケイ酸の製造方法。

(4) 液面高さを計測する方法が、耐熱性カーボン棒を炉内に挿入して液面に接触させ、このカーボン棒の上下動きを放出することにより計測する方法であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載のケイ酸の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はケイ酸ロッドの連続的製造方法に関する。

(従来の技術)

鋳造用電極を原料としこれを炉内で溶融させて製造したケイ酸ロッドはICの封止材をはじめとして多方面に使用されるが、特にICの封止材として使用される場合には非常に高品質のものが要求される。このため、ケイ酸ロッドの製造においては、その品質を高める要件の一つとして、炉内におけるケイ酸の停留時間を適正に保つことが重要な管理項目として挙げられている。

炉内におけるケイ酸の停留時間を一定にするた

めに、従来の技術では、第6図に示すように作業者が炉1内の溶融ケイ酸2の液面3の高さを測定孔20から目視で測定し、この結果に基づいて、炉1下部の絞り部3からケイ酸ロッド5を引抜く引抜き装置4の引抜き速度を変えて、液面3を所定の高さに保持し、溶留時間が一定になるようにしていた。

また同様の目的のために特開昭34-21412号公報においては、第7図に示すように、炉1下部の絞り部3から落下するケイ酸ロッド5の表面をバーナーあるいは冷却用水21により加熱あるいは冷却して1200℃～1500℃に保持することによりケイ酸ロッド5の落下速度を一定にし、炉1内のケイ酸の溶留時間を一定に保持している。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、上述の従来技術には次のような問題点があった。

(Ⅰ) 液面の高さを目視測定してケイ酸ロッドの引抜き速度を変える方法の場合

このような方法では液面の高さを一定に保つよ

うに液面の高さを一定に保つと、引抜き速度あるいはケイ酸ロッドの破断が生じ、装置を停止しなければならなくなる。

このように、ケイ酸ロッドの引抜き速度を一定に保つても品質の低下をはじめ種々の問題が生ずる。

(Ⅱ) 炉下部においてケイ酸ロッドを加熱、冷却する方法の場合

この方法は上記の問題点を解決したものであるが、加熱、冷却装置を必要としてエネルギーの無駄な消費がある。

本発明は以上のような従来技術の問題点を解消し、品質のよいケイ酸ロッドを安定して製造できる方法を提供することを目的とする。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は炉内で溶融されたケイ酸を炉下部に形成された絞り部から引抜きケイ酸ロッドを連続的に製造する方法において、前記炉内の溶融されたケイ酸の液面高さを計測し、この計測値に基づいて前記ケイ酸ロッドの引抜き速度を制御し、前記液面

高さを一定に保つことによりケイ酸ロッドの引抜き速度を一定に保つことにより品質の低下を防止する。すなわち、液面の高さが目標より低下した時はケイ酸ロッドの引抜き速度が遅くなる状態であり、このような状態ではケイ酸の炉内での溶留時間が短いため未溶融の原料が混入したまま引き抜かれてケイ酸ロッドが形成され、品質の低下を招く。

またこの場合ケイ酸ロッドは冷却が不十分のまま引き抜かれるので、まだ軟らかく、曲がったり肥大化して炉下部の絞り部の破断をこすって損傷させ、この破断片がケイ酸ロッドの表面に附着して品質の悪化となる。また逆に液面の高さが上昇した時は、ケイ酸ロッドの引抜き速度が遅くなる状態であり、このような状態では引抜かれるケイ酸ロッドは冷却されすぎて温度が必要以上に低下し、脆性がない状態になってしまうので、炉下部の絞り部の破断を招き、破断片がケイ酸ロッドの表面に附着して品質を低下させる。また引抜かれるケイ酸ロッドを所定の高さに保つことを特徴とする。

〔作 用〕

ケイ酸ロッドを連続的に製造する場合においては、定量の原料を連続的に供給し、また原料を溶融する炉内でも一定量を供給して炉内の溶融ケイ酸の温度を一定に保持している。従って、供給した原料に相当するケイ酸ロッドの引抜き速度を行うようにすれば安定した製造ができる。本発明では、炉内の溶融ケイ酸の液面高さを計測し、この液面の高さに応じてケイ酸ロッドの引抜き速度を制御して液面の高さを一定にするようにしている。炉内におけるケイ酸の溶留時間も一定になり、またケイ酸ロッドの引抜き速度の変動もなくなって炉下部の絞り部出口におけるケイ酸ロッドの温度も一定にすることができる。

〔実施例〕

以下、本発明の実施例について説明する。第1図は本発明を実施する装置の一実施例を示す断面図である。第2図において炉1内の溶融ケイ酸2は炉1下部に形成された絞り部3から引抜き装置

4によって引抜かれ、放冷によって凝固しケイ酸ロッド5となる。前記引抜き装置4の要部はケイ酸ロッド5を挟持するバンド6を回転することによりバンド6を上下させる螺杆7及び螺杆7を回転させるモーター8で構成され、この引抜き装置4は上下2段に配置され(下段の引抜き装置は図示せず)、上下の引抜き装置が交互に作動して、ケイ酸ロッド5を連続的に引き抜くようになっている。そして、炉1内の溶融ケイ酸2の液面3とケイ酸ロッドの引抜き速度に次のような方法でバランスがとられている。

炉1内の溶融ケイ酸2の液面3に電磁波送受信装置9から電磁波であるレーザー波を送信し、その反射波を同じ電磁波送受信装置9で受信する。この際、液面3に変動があれば送信波と受信波の位相差が生じ、この位相差を検出することにより液面3の高さを計測することができる。そして電磁波送受信装置9での検出値を制御装置10に送られる。この制御装置10はあらかじめ設定してある目標の液面3の高さとの差に応じて引抜き装置4を作動しているのに対し、本発明では所定値に制御されており、その値は固定としている。また、第1段は設定した液面の高さとケイ酸原料の未溶融の発生頻度及び引抜き時にケイ酸ロッドが破断してしまったために炉の温度を停止した頻度との関係の表を示したものである。

この表で明かなように、本発明は従来技術に対し、未溶融及び炉停止の頻度が著しく減少している。

第1表

	未溶融頻度	炉停止頻度
従来の技術	30回/年	12回/年
本発明 液面の高さ 300..	10 -	1 -
400..	2 -	2 -
500..	5 -	5 -

次に他の実施例について説明する。第4図及び第5図は第1図において説明した製造方法のうちの液面の計測方法を詳にするものである。第4図の液面計測方法は、炉1内の溶融ケイ酸2の液面3

のモーター11の回転数を減速させてケイ酸ロッド5の引抜き速度を制御する。このように液面3が一定に保たれるようになると、ケイ酸ロッド5の引抜き速度の変動もなくなり、炉1内のケイ酸の滞留時間も一定になるので、ケイ酸ロッド5に未溶融の原料が混入することもなく、また炉1下部の絞り部3の塊互がケイ酸ロッドに付着することもなく、高品質のケイ酸ロッド5を安定して連続的に製造することができる。なお、前記液面3を計測するための電磁波がマイクロ波であつてもよい。

次に本発明と従来技術とを比較するために第1図の液面と第5図の液面を使用してケイ酸ロッドを製造した際のそれぞれの製造実績について説明する。第2図は、即ち本発明の製造法における液面の高さとケイ酸ロッドの引抜き速度の変動を示した説明図であり、第3図は、即ち従来技術における前記設定値の変動を示した説明図である。第2図及び第3図により明かなように、従来技術においては液面の高さ、引抜き速度が大幅に変動し、光線12から一定角度で光線を出ると、液面3の変動によって反射点が多動する(図中においては直線に移動する)ので、この移動状況をテレビカメラ13で捉えて液面3の高さを検出するものである。

第5図の液面計測方法は、炉1内に引抜きのカーボン杆14を挿入して液面3と接触させ、このカーボン杆14にワイヤ15を接続してドラム15から巻き巻き、液面3の変動をカーボン杆14の上下動に変え、このカーボン杆14の上下動をドラム15の回転数によって検出する方法である。

#### (発明の効果)

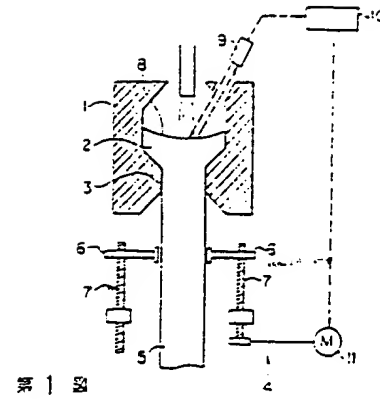
本発明によれば、液面を精密よく計測し、この計測値に基づきケイ酸ロッドの引抜き速度を制御するので、液面の高さを所定の値に保つことができ、またこの結果ケイ酸ロッドの引抜き速度の変動もなくなり、高品質のケイ酸ロッドを安定して連続的に製造することができる。

#### 4. 図面の概略説明

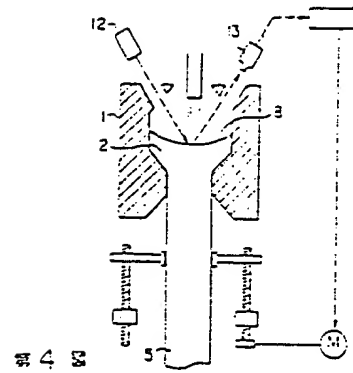
第1図は本発明を実施する装置の一実施例を示す断面図、第2図は本発明による装置実施の説明図、第3図は従来技術による装置実施の説明図、第4図及び第5図は本発明を実施する装置の他の実施例を示す断面図、第6図及び第7図は従来技術で使用する装置の断面図である。

- 1…押、 2…溶融ケイ酸、 3…絞り部、  
4…引抜き装置、 5…ケイ酸ロッド、  
6…溶融、 9…溶融液受容器、  
10…引抜き装置、 11…モーター、 12…光源、  
13…テレビカメラ、 14…カーボン棒、  
15…ドラム

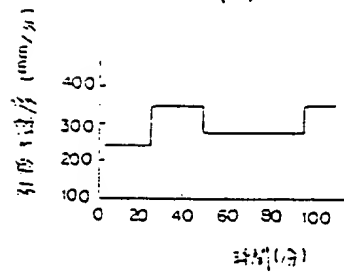
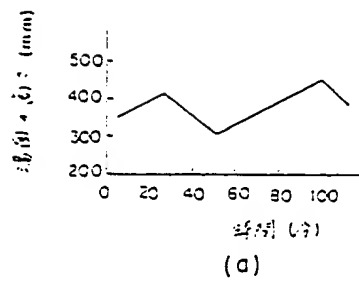
特許代理人 日本電気株式会社



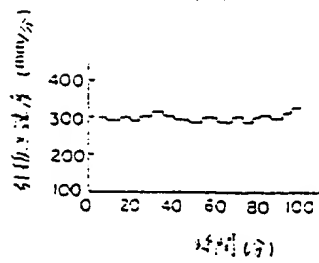
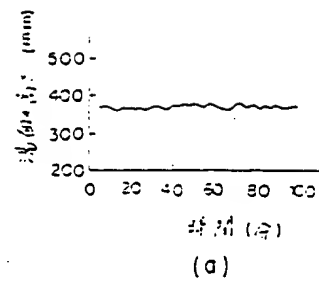
第1図



第4図



第3図



第2図

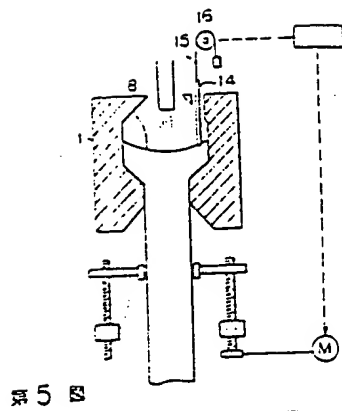


図 5

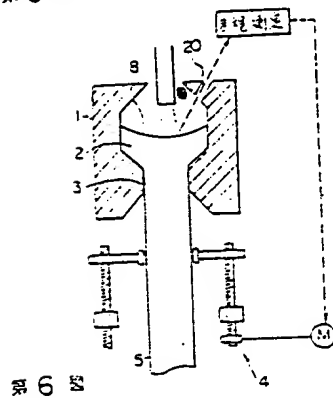


図 6

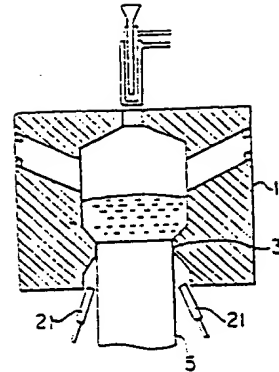


図 7